

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Tambahan
Sidang Akademik 1990/91
Jun 1991
KAA 311 Kaedah Pengalatan
Masa : [2 jam]

Jawab sebarang EMPAT soalan sahaja.

Hanya EMPAT Jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi LIMA soalan semuanya (4 muka surat).

1. (a) Lakarkan kelok pentitratan fotometri (plot keserapan lawan isipadu titran) yang diramalkan jika keterserapan molar, ϵ , bagi analit yang dititrat (A), hasil tindak balas (H) dan titran (T) adalah seperti berikut :-

- (i) $\epsilon_A = \epsilon_H = 0, \epsilon_T > 0.$
- (ii) $\epsilon_A > \epsilon_T > 0, \epsilon_H = 0.$
- (iii) $\epsilon_H > \epsilon_T > 0, \epsilon_A = 0.$

(9 markah)

- (b) Lakarkan gambarajah blok bagi spektrofotometer penyerapan dalam kawasan nampak. Berikan satu contoh bagi setiap komponen asas peralatan tersebut.

(8 markah)

- (c) Kenapakah ketumpatan garisan bagi parutan (garisan/mm) yang lebih tinggi digunakan dalam kawasan ultralembayung dan nampak daripada parutan yang digunakan dalam kawasan inframerah?

(4 markah)

- (d) Terangkan kenapa pengesan-pengesan bagi spektrofotometri ultralembayung/nampak tidak boleh digunakan bagi spektrofotometri inframerah.

(4 markah)

2. (a) Terangkan dengan ringkas tentang kaedah penyerapan pembezaan yang akan digunakan bagi sampel-sampel yang mempunyai keserapan kurang daripada 0.1. Apakah masalah yang dihadapi apabila digunakan kaedah penyerapan biasa bagi sampel-sampel tersebut?

(8 markah)

.../2-

(b) Bagi setiap campuran A dan B dalam (i) dan (ii) di bawah, pilih salah satu daripada yang berikut : (1) sebatian A boleh ditentukan dengan menguja A secara terpilih, (2) sebatian A boleh ditentukan dengan hanya menyukat pendarfluor A sahaja atau (3) sebatian A dan B mesti dipisahkan dahulu sebelum penentuan kepekatan A dilakukan .

(i) A menyerap daripada 200 hingga 300 nm dan berpendarfluor daripada 300 hingga 380 nm. B menyerap daripada 250 hingga 300 nm dan berpendarfluor daripada 300 hingga 390 nm.

(ii) A menyerap daripada 250 hingga 380 nm dan berpendarfluor daripada 380 hingga 460 nm. B menyerap daripada 250 hingga 390 nm dan berpendarfluor daripada 390 hingga 425 nm.

(6 markah)

(c) Bagaimanakah tebal sel inframerah ditentukan secara eksperimen?

(5 markah)

(d) (i) Apakah syarat yang membolehkan suatu molekul menyerap sinaran inframerah?

(ii) Jelaskan dengan ringkas jenis peralihan yang terlibat dalam penyerapan sinaran inframerah.

(6 markah)

3. (a) Terangkan dengan ringkas tiga teknik tentukan yang biasa digunakan dalam kaedah spektroskopi.

(9 markah)

(b) Terangkan kenapa kadangkala garam kalium ditambah dengan kepekatan yang tinggi kepada larutan sampel dan piawai dalam analisis spektroskopi nyala.

(4 markah)

(c) Dalam kaedah spektroskopi nyala yang menggunakan penebula, hampir 90% daripada larutan sampel terbuang dan tidak sampai kepada nyala.

(i) Bagaimanakah kaedah elektroterma cuba mengatasi masalah ini?

(ii) Apakah langkah-langkah utama dalam pengatoman analit menggunakan relau elektroterma?

(8 markah)

.../3.

- (d) Kenapakah suhu memainkan peranan penting dalam kaedah pemancaran nyala?

(4 markah)

4. (a) Kenapakah spektrum penyerapan atom lebih sempit daripada spektrum penyerapan molekul? Bagaimanakah ini mempengaruhi keperluan bagi sumber dalam spektroskopi penyerapan atom?

(6 markah)

- (b) Sebanyak 10 mL larutan sampel Ca^{2+} dicairkan dengan 10 mL air suling dan kehantaran yang disukat bagi larutan ini adalah 70.8% . Kemudiannya 10 mL larutan sampel yang sama dicairkan dengan 10 mL larutan 40 ppm Ca^{2+} dan kehantaran larutan yang terhasil adalah 50.2% . Berapakah kepekatan kalsium dalam sampel tersebut?

(10 markah)

- (c) Terangkan bagaimana lampu deuterium digunakan dalam pembedaan latar belakang bagi spektrum penyerapan atom.

(5 markah)

- (d) Jelaskan dengan ringkas tentang teknik wap sejuk merkuri.

(4 markah)

5. (a) Dua contoh bagi gangguan pengewapan dalam kaedah penyerapan atom ialah pengurangan penyerapan kalsium oleh kehadiran fosfat dan juga pengurangan penyerapan magnesium disebabkan oleh kehadiran aluminium. Berikan satu cara gangguan-gangguan ini dapat diatasi dengan melakukan pengolahan sampel dan satu lagi cara tanpa pengolahan sampel.

(6 markah)

- (b) Litium dianalisis dalam suatu sampel serum dengan spektroskopi pemancaran nyala menggunakan kaedah penambahan piawai. Tiga alikuot 500 μL sampel ditambah kepada tiga bahagian air masing-masing sebanyak 5.00 mL. Kepada ketiga-tiga larutan ini ditambah 0, 10.0 dan 20.0 μL larutan piawai 0.0500 M LiCl. Isyarat pemancaran bagi ketiga-tiga larutan tersebut adalah masing-masing 23.0, 45.3 dan 68.0 . Berapakah kepekatan litium dalam sampel serum tersebut dalam unit ppm?

Jisim atom relatif, Li : 6.94

Cl : 35.45

(11 markah)

- (c) Didapati bahawa glukosa melindap keamatan pendarfluor asid antranilik secara terpilih. Cadangkan suatu skema analisis bagi penentuan glukosa menggunakan teknik pendarfluor.

(8 markah)

ooo000ooo